

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-20793

(43) 公開日 平成9年(1997)1月21日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 K 1/14		8517-4H	C 0 7 K 1/14	
A 2 3 J 1/00			A 2 3 J 1/00	A
A 2 3 L 1/272			A 2 3 L 1/272	
C 0 7 H 21/00			C 0 7 H 21/00	

審査請求 未請求 請求項の数 8 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平7-188076	(71) 出願人	000003986 日産化学工業株式会社 東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1
(22) 出願日	平成7年(1995)7月1日	(71) 出願人	591011410 小川香料株式会社 大阪府大阪市中央区平野町2丁目5番5号
		(72) 発明者	谷口 ▲徳▼之 東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1 日産化学工業株式会社内
		(72) 発明者	小坂 政晴 東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1 日産化学工業株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 蓑 経夫 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 核酸と核タンパク質の精製法

(57) 【要約】

【課題】 魚類の精巢（白子）又は哺乳動物の精巢（睾丸）又は胸腺中に存在するデオキシリボ核酸又はデオキシリボ核酸タンパク質の粗製物の新規な精製法の提供

【解決手段】 従来、デオキシリボ核酸又はデオキシリボ核酸タンパク質が存在する、魚類の精巢又は哺乳動物の精巢又は胸腺の水洗と機械的処理（攪拌による破碎とろ過等）により精子粗製物を得た後、低級アルコール溶媒例えば含水又は非含水のメチルアルコール又はエチルアルコールで処理していた。本発明では、これらの溶媒に着香料を添加することを特徴とする。この着香料添加により、魚臭又は悪臭の脱臭率の顕著な向上、ビタミンCとの混合の結果生じた着色の顕著な低減そして経時変化の顕著な低減の効果が認められた。

18

【特許請求の範囲】

【請求項1】芳香を持つ着香料を使用することを特徴とするデオキシリボ核酸又はデオキシリボ核タンパク質の精製法。

【請求項2】芳香を持つ着香料が、エステル、ラク톤、アルデヒド、ケトン及びテルペン系化合物からなる群から選ばれる1種、又は2種以上の混合物である請求項1記載の精製法。

【請求項3】芳香を持つ着香料が、酢酸エステル、酪酸エステル、アセト酢酸エステル、芳香族アルデヒド及びテルペン系化合物からなる群から選ばれる1種、又は2種以上の混合物である請求項2記載の精製法。

【請求項4】芳香を持つ着香料が酢酸イソアミル、γ-ウンデカラクトン、アセト酢酸エチル、酪酸エチル、オレンジオイル、トランス-2-ヘキセナール、バニリン、ライムオイル及びワインリースオイルからなる群から選ばれる1種、又は2種以上の混合物である請求項3記載の精製法。

【請求項5】芳香を持つ着香料がアセト酢酸エチル、オレンジオイル、バニリン及びワインリースオイルからなる群から選ばれる1種、又は2種以上の混合物である請求項4記載の精製法。

【請求項6】芳香を持つ着香料が、メチルアルコール、エチルアルコール又は50%以上のメチルアルコール又はエチルアルコール水溶液に溶解された状態で使用される請求項1ないし5のいずれかに記載の精製法。

【請求項7】芳香を持つ着香料のメチルアルコール、エチルアルコール又は50%以上のメチルアルコール又はエチルアルコール水溶液中における濃度が0.05~12%の範囲内にある請求項6に記載の精製法。

【請求項8】請求項1ないし7のいずれかに記載の精製法により製造された組成物が、精製された該当するデオキシリボ核酸又はデオキシリボ核タンパク質の重量を基準にして、芳香を持つ着香料を0.01ないし1.0%含有する組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、食品、健康食品、化粧品、医療用品及び洗浄剤に使用されるデオキシリボ核酸（DNA）及び／又はデオキシリボ核タンパク質の精製法並びにそれらを含有する組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】DNA及びそのタンパク質付加体であるデオキシリボ核タンパク質の原料は、通常、魚類の白子や哺乳動物の胸腺又は精巣（辜丸）である。これらの原料は、鮮度低下に従って変質して品質が劣化し、いやみ臭を増し、又変色が進行する。それ故、これら原料から精製したDNA及び／又はデオキシリボ核タンパク質を取得するためには、通常、原料の魚類白子や哺乳動物胸腺又は辜丸を水洗、加熱次いで破碎とろ過による機械的

加工をした後、更に低級アルコール、例えばメチルアルコール、エチルアルコール等で洗浄、精製する。これにより原料中の血液、血管、表皮等が除去される。そして脂質と脂肪酸含量が少なく、経時変化の少ない精製物が得られる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】上記の低級アルコールによる洗浄では、得られる精製物に対し10~40倍の低級アルコールが使用されるが、このような低級アルコールの精製によっても、魚臭又は悪臭を完全に除くことはできず、得られた精製物には魚臭又は悪臭が僅かながら残る。そして得られた精製物にビタミンCを配合すると、経時変化して褐変し、同時に異味・異臭が生じる（なお、ビタミンCを、DNAと同時に摂取すると、DNAだけの摂取により生じる血液中の尿酸値の上昇が抑制されるので、ビタミンCとDNA摂取の混合剤は、DNA摂取による+効果を発現する際に有用である。）。本発明の目的は、上述の低級アルコールによる精製法を改善して、得られた精製物の魚臭又は悪臭を完全に除去しようとするのと、得られた精製物をビタミンCと混合しても経時変化により着色しないようにすることである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の発明者は、デオキシリボ核酸又はデオキシリボ核タンパク質を含有する原料例えば白子进行处理する際に芳香を持つ着香料を使用すると、魚臭又は悪臭が除去された原料例えば白子の精製品が得られることを見出した。そして、この精製品はビタミンCと混合しても経時変化して着色することもない。

【0005】

【発明の実施の形態】本発明の精製法に使用されるデオキシリボ核酸（DNA）又はデオキシリボ核タンパク質を含有する原料とは、魚類、例えば、特にサケ、トラ、ニシン又はマスの白子（精巣）、又は哺乳動物、例えばウシ、ブタ、ウマ又はヤギの胸腺又は辜丸（精巣）、好ましくはサケ又はサケの白子、更に好ましくはサケの白子に由来するものであり、それら精巣（白子又は辜丸）又は胸腺を水洗、機械的処理（例えば、機械的破碎と被破碎物のろ過による分離）により前処理した粗製品（以下、粗製精子等という。）であって、低級アルコールによる処理をする前の粗製品を表す。使用される粗製精子等は、通常の攪拌により精製用溶媒中に容易に懸濁され得るような、粉末状になっている。

【0006】本発明の精製法に使用される着香料とは、一般の着香料であって、好ましくは食品に添加されることを目的とするものであり、本発明の精製法に従って使用される場合、本発明の目的とする精製効果を達成できるものをいう。

【0007】具体的には、使用される処理液に使用され

る溶媒、例えば低級アルコール又は低級アルコール水溶液に低濃度、例えば0.1～1.2%（これも含めて以下、%は特別の記載のない限り重量%を意味する。）以下の濃度で溶解でき、精製される粗製精子等中の魚臭又は悪臭を除去できるものをいう。

【0008】本発明に使用される着香料とは、更に具体的には、上述の性能を発揮できるものであって、その着香料中の成分として、エステル基、ラクトン基、ケトン基、アルデヒド基を1個又は2個以上含有する化合物を含有し、かつそれら化合物が精製物に微量残存しているも人体に無害でありかつ精製物の商品価値に悪影響を与える悪臭又は異臭を残さないような化合物を含有するものをいう。

【0009】更に具体的には、本発明に使用される芳香を持つ着香料は、下記の着香料から選択される1種又は2種以上を含有する：エステル、例えば脂肪酸エステル、特に酢酸エステル、アセト酢酸エステルと酪酸エステル；ラクトン、例えば γ -ラクトン；アルデヒド、例えば脂肪酸アルデヒドと芳香族アルデヒド；ケトン；及びテルペン系炭化水素である。

【0010】本発明に使用される着香料を更に具体的に例示する：酢酸エステルとして、酢酸イソアミル、酢酸イソブチル、酢酸ベンジル、酢酸リナリル、酢酸プチル、酢酸ヘキシル、酢酸フェニルエチル、酢酸グラニル、酢酸シトロネリル及びアセト酢酸エステル例えばアセト酢酸エチル；酪酸エステルとして、酪酸エチル、酪酸プチル、酪酸イソブチル、酪酸イソアミル、酪酸ベンジル、酪酸フェニルエチル、酪酸リナリル及び酪酸グラニル；ラクトンとして、 γ -ヘキサラクトン、 γ -ヘプタラクトン、 γ -オクタラクトン、 γ -ノナラクトン、 γ -デカラクトン、 γ -ウンデカラクトン、 γ -ドデカラクトン、 δ -オクタラクトン、 δ -ノナラクトン、 δ -デカラクトン、 δ -ウンデカラクトン及び δ -ドデカラクトン；脂肪酸アルデヒドとして、ヘキサナール、ヘプタナール、オクタナール、ノナナール、デカナール、ウンデカナール、ドデカナール、ペリラアルデヒド、グラニアル及びネナール；芳香族アルデヒドとして、ベンズアルデヒド、バニリン及びエチルバニリン；ケトン化合物として、アセトフェノン、2-ヘプタノン、マルトール、メントン及び1-カルボン；そしてテルペン系炭化水素として、 d -リモネン、 α -ピネン、 β -ピネン、 γ -タピネン、ミルセン、カリオレフィン。

【0011】本発明に使用される好ましい着香料は、酢酸イソアミル、酢酸リナリル、 γ -ウンデカラクトン、アセト酢酸エチル、酪酸エチル、オレンジオイル、トランス-2-ヘキセナール、バニリン、ライムオイル及びワインリースオイルからなる群から選ばれる1種、又は2種以上の混合物からなる。更に好ましくは、アセト酢酸エチル、オレンジオイル、バニリン及びワインリースオイルからなる群から選ばれる1種、又は2種以上の混

合物からなる。そして更に好ましくはアセト酢酸エチルからなる。上述の具体的な着香料は、食品添加用に使用される普通の市販品である。

【0012】本発明に使用されるライムオイルは、ライム油とも呼ばれ、ミカン科のライム *Citrus aurantifolia* Swingle に属する 1) *Citrus medica* L. var. *acida* Brandis. 及び 2) *Citrus limetta* Risso の果皮又は果実から圧搾油方式又は水蒸気蒸留方式で得られる。1) は acid lime と呼ばれ、西インド諸島を主産地とし、メキシコ、合衆国のフロリダ等に産する。2) は sweet lime といわれ、イタリア、ブラジル等に産する。本発明に使用されるライムオイルは、例えば、1) 西インド諸島産：シトラール（グラニアルとネナール）2. 2～9%、ノナナール、ドデカナール、オクタナール、グラニオール、リナロール、 α -テルピネオール、ボルネオール、 α 及び/又は β -ピネン、 d -リモネン、ジペンテン、ピサボレン、アントラニル酸メチルからなるもの；2) イタリア産： d -リモネン、酢酸リナリル 26. 3%、1-リナロールからなるものがある。

【0013】オレンジオイルは、オレンジ油とも呼ばれる。ミカン科のスイートオレンジ *Citrus sinensis* Osbeck 又はダイダイ *Citrus aurantium* Linne の果実及び/又は果皮から圧搾油方式又は水蒸気方式により得られる。オレンジオイルは、例えば、 d -リモネン（90～94%）、デカナール、シトロネナール、シトラール（グラニアルとネナール）、リナロール、ノナナール、テルピネオール、オーラブテン等からなる。

【0014】ワインリースオイルは、ブドウから製造されるものであって、ブランデーから回収フレーバー方式により、ブランデーの揮発性成分として得られる。その主成分は、例えば、エタノール、ブタノール、イソアミルアルコール、フェニルエチルアルコール、酢酸、ヘキサン酸、ヘキサン酸エチル、オクタン酸エチル、デカン酸エチル、ドデカン酸エチルである。

【0015】本発明の精製法に従って、粗製精子等の精製に使用される精製用溶媒は、通常は低級アルコール又はその含水低級アルコールである。低級アルコールとしては、特にエタノール、メタノール又はそれらの混合溶媒が挙げられる。好ましくは、処理される粗製精子等の組織内への浸透性を高めるために、上記低級アルコールは水分を含有していることが好ましく、50%以下、好ましくは25～10%、更に好ましくは20～15%の水を含有していることが好ましい。水の含有量が50%以上であると、精製処理中に処理液が粗製精子等の組織中に浸透しにくくなって精製物の品質に重大な影響を与える一般細菌数の低下率が減少し、また得られた精製物が塊状になる傾向がある。水の含有量が5%以下にな

ると、精製処理中の処理液の粗製精子等の組織内への浸透性が低下して、精製物の品質に重大な影響を与える一般細菌数の低下率が減少し、又、脱臭の浸透効果も減少する傾向がある。しかし、95%以下の濃度の低級アルコール水溶液に所望濃度の着香料が完全に溶解しない場合は、95%以上の濃度のアルコールを使用する方が好ましい場合がある。

【0016】粗製精子等を処理するために使用される精製用溶媒の量は、粗製精子等の含水率により、含水率が高いと所定のアルコール濃度を維持するためにアルコールの濃度を高めるか、使用量を増す必要がある。粗製精子等の含水率量が5%程度の場合は、85%エチルアルコール又はメタノールを粗製精子等の2ないし10重量倍、好ましくは5〜8重量倍使用するのが好ましい。

【0017】精製用溶媒に添加される着香料の量は、使用されるアルコール水溶液の粗製精子等、例えば白子に対する倍量数、単位重量当たりの着香料の脱臭力、着香料の香りの強度、粗製精子等、例えば白子中の魚臭又は悪臭の含有量そして処理条件（温度と時間）により変動するが、概ね0.05〜12%の範囲内にある。例えば着香料がアセト酢酸エチル、精製される粗製精子等が含水量5%の通常に市販されているサケ白子、精製用溶媒が85%エチルアルコール水溶液、精製用溶媒の使用量が白子の7倍量、加熱条件が還流温度で1時間の場合は、着香料のエチルアルコール水溶液中の濃度は、0.1〜10%の範囲内にある。この含有量は、試験的に使用される着香料の最適濃度を検討して決定するのが好ましい。なお、後述の乾燥品精製物中に、脱臭精製に使用された着香料の1部分が残存していてもよい。この残存は、乾燥精製物の品質の安定性を高めるためのものであって、残存する着香料の香りが感知されない程度の量、乃至、強過ぎて使用時に不快にならない程度の量で残存するのがよい。通常は、0.01〜1.0%の範囲内である。

【0018】粗製精子等を、所定濃度の着香料を含有する精製用溶媒に懸濁、攪拌下、処理して脱臭処理をする。処理時間は温度が高い程短くてよい傾向にある。得られる精製品中の一般細菌数低下率を高め、処理時間を短縮するためには、処理溶媒として含水低級アルコールを使用する場合は、95〜60℃、好ましくは、処理溶媒の還流温度で実施するのが好ましい。加熱処理時間は、加熱時間の延長効果が殆ど無くなるまでの時間、例えば30分〜2時間、好ましくは50〜70分間でよい。

【0019】以上、本発明の精製法を各項目について説明したが、更に具体的に各項目の組み合わせを列記する：

①粗製精子等は、サケ又はマス白子由来のものであり、着香料はアセト酢酸エチル、オレンジオイル、バニリン又はワインリースオイルであり、精製用溶媒は75〜1

00%エチルアルコール又はメチルアルコールである。

②粗製精子等は、サケ白子由来のものであり、着香料はアセト酢酸エチルであり、精製用溶媒は75〜100%エチルアルコール又はメチルアルコールである。

③粗製精子等は、サケ白子由来のものであり、着香料はアセト酢酸エチルであり、精製用溶媒は75〜90%エチルアルコール又はメチルアルコールであり、着香料の精製用溶媒中の濃度は3.0〜10.0%である。

④粗製精子等は、サケ白子又はタラ白子由来のものであり、着香料はアセト酢酸エチルであり、精製用溶媒は75〜90%エチルアルコール又はメチルアルコール水溶液であり、処理用溶媒の使用量は、粗製精子等の5〜8倍量であり、着香料の精製用溶媒中の濃度は3.0〜10.0%であり、加熱温度は処理液の還流温度でありそして処理時間は、30〜90分間である。

⑤粗製精子等は、ニシン白子又はマス白子由来のものであり、着香料はバニリンであり、精製用溶媒は75〜95%エチルアルコール又はメチルアルコール水溶液であり、着香料の精製用溶媒中の濃度は2.0〜12%であり、加熱温度は処理液の還流温度でありそして処理時間は、30〜100分間である。

【0020】上述の着香料を含有する溶媒による粗製精子等の精製処理が終了した後、遠心分離又はろ過、更に所望による洗浄処理に続いて、乾燥処理をして溶媒を蒸発する。乾燥処理は当該技術分野で通常使用されている乾燥処理を使用する。それは例えば、スプレードライヤー、減圧下乾燥、風乾又はこれらの二つ以上の組み合わせである。乾燥は、室温ないし90℃以下、好ましくは15〜70℃の範囲内の温度で実施される。

【0021】

【実施例】下記の実施例により本発明を更に詳細に説明する。これら実施例は本発明の範囲の限定を意図するものではない。実施例中及び本明細書においては特に記載のない限り、%は重量%を表す。

実施例1

粗製精子等である白子粉は、洗浄、機械破碎、必要ならば洗浄、ろ過そして乾燥を経る常法により取得される。例えば、冷凍鮭の白子1,000gを解凍し、水洗、次いで水切りした後、水400gを添加し、ステンレス製攪拌羽根付の攪拌槽内で、80℃で1時間熱処理し、その後生成物の懸濁液を10メッシュの金網でろ過した。得られた懸濁ろ液を小型のガラス製スプレードライヤーで乾燥、粉末化し、含水率5%の白子粉192gを得た。この白子粉は魚臭（アミン臭）のするものであった。次にこの白子粉5gに対し第1表に記載の各着香料又は対照用の薬剤を1%溶解した95%エチルアルコール水溶液35gを添加し、75℃で1時間攪拌後、室温に冷却後、固形分を分離、減圧下乾燥（入口温度60〜80℃）して、乾燥精製物の残留魚臭を臭覚検査した。その結果を第1表に示す。

【0022】

【表1】

第1表

実験 No.	使用した着香料と 対照薬剤	乾燥精製物に 残存する魚臭	改善** 効果
	(実施例)		
1	酢酸イソアミル	微臭	○
2	γ-ウンデカラクトン	微臭	○
3	アセト酢酸エチル	殆どなし	○
4	酪酸ブチル	微臭	○
5	オレンジオイル ^{3*}	全然なし	◎
6	トランス-2-ヘキセナル	微臭	○
7	バニリン	全然なし	◎
8	ライムオイル ^{4*}	微臭	○
9	ワインリースオイル ^{5*}	全然なし	◎
	(対照例)		
10	なし	強臭	×
11	アスコルビン酸	中臭～強臭	×
12	酢酸	中臭	△

【0023】(第1表注)

*乾燥品の色調が処理前に比較して着色している。

**改善効果の記号の説明：

×・・・改善効果が無い。

△・・・改善効果が僅かにある。

○・・・改善効果が顕著である。

◎・・・改善効果が極めて顕著である。

^{3*}オレンジオイルは、ミカン科のスイートオレンジの果皮から水蒸気方式により取得したものである。その主成分は、d-リモネン(約90%)、リナロール、オクタナール、デカナール、シトロネナール、シトラール(ゲラニールとネナール)である。

^{4*}ライムオイルは、ミカン科のライムの果皮から水蒸気蒸留方式により取得されたものである。その主成分は、γ-テルピネン、d-リモネン、テルピネオール、シトラール(ゲラニールとネナール)である。

^{5*}ワインリースオイルは、エタノール、ブタノール、イソアミルアルコール、フェニルエチルアルコール、酢酸、ヘキサン酸、ヘキサン酸エチル、オクタン酸エチル、デカン酸エチル、ドデカン酸エチルである。

【0024】(考察)第1表の結果から観察されるよう

に、着香料を添加した場合は脱臭に顕著な改善効果が見られ、着香料がアセト酢酸エチル、オレンジオイル、バニリン、ワインリースオイルである場合は、改善効果は極めて顕著であった。又、精製物には、悪臭に相当する臭気がなかった。

【0025】実施例2

実施例1で得られた精製前の白子粉を使用して、エチルアルコール水溶液の濃度の、白子中の細菌数の低減化に対する影響を検討した。磁気攪拌子を付けた容器中、白子粉5gに対して、60～95%のエチルアルコール水溶液を35g添加し、常圧下で、常温(室温：約10～20℃)、60℃と処理液の還流温度(80℃～95℃)に於いて1時間攪拌し、室温に冷却後、その固形分をろ過分離、減圧下乾燥(入口温度60～80℃)して得られた精製物中の細菌数と精製物の性状を検査した。試験結果を第2表に示す。なお、エチルアルコールによる処理前の白子粉中の一般細菌数は 4.12×10^6 個/gであった。

【0026】

【表2】

第2表：エチルアルコールによる処理後の白子中の一般細菌数
(一般細菌数：個/g)

濃度 (%)	60	70	80	85	95
(処理温度)					
常温		123x10 ⁶		70x10	320x10
60℃			20x10	55x10	
還流温度	71x10 ⁶	1x10 ⁶	0x10	0x10	200x10

*乾燥精製物が塊状になった。

【0027】(考察)以上の結果より、白子の細菌数低減化には、エチルアルコール水溶液中のエチルアルコールの濃度80～85%が好ましく、特に処理液の還流温度ではその効果が著しいこと；70%以下では精製物が塊状となって殺菌効果が悪いことそして濃度が95%では細菌数の低減化の効果は下がる事が明瞭である。換言すれば、白子のアルコールによる細菌数低減化には、処理される白子と使用される着香料の種類によって変動があるが、75～90%の範囲内のアルコール濃度が好ましいことが判明した。

【0028】実施例3

実施例1の精製前の白子粉を使用して、アセト酢酸エチルの使用量の白子精製物の品質に与える影響を検討した。使用したアルコール水溶液は、一般細菌数低減化に適している85%エチルアルコール水溶液である(実施例2を参照)。実施例1に記載の方法に従って得られた精製前の白子粉5gに、第3表に記載の濃度のアセト酢

酸エチル(着香料に相当する)を含有する、85%エチルアルコール水溶液35gを添加して、攪拌下加熱して1時間還流した。次いで、室温に冷却して固形分をろ過により分離、そして減圧下乾燥(入口温度60～80℃)して精製物を得た。得られた乾燥品精製物の残留魚臭を検査し、そして魚臭又は悪臭そして着色の原因になる魚油脂質と着香料の残存量を分析した〔分析は下記のようにした：(1)乾燥品精製物中の脂質含量の全量 W_1 をソックスレー抽出法(食品衛生検査指針を参照)により測定する。(2)乾燥品精製物中のアセト酢酸エチルの量 W_2 を水蒸気蒸留法(試料10gを採り、水50mlと共に加熱して留出水をガスクロ分析で定量する方法)により定量する。(3) $W_1 - W_2$ を魚油脂質量とする。〕。試験結果を判定と共に第3表に記載した。

【0029】

【表3】

第3表：サケ白子のアセト酢酸エチルによる精製効果

試験 No.	アセト酢酸 エチルの濃 度 (%)	乾燥品精製物中の		乾燥品精製物中の脂質 含量 (%)		判定*
		残存魚臭 の程度	アセト酢酸 エチルの 残臭の程度	魚油脂質	アセト酢酸 エチル	
(本発明の方法)						
1	0.05	やや有り	無し	0.25	0	×
2	0.10	極微量有 り	無し	未測定	未測定	△
3	3.0	無し	無し	0.05	0.25	◎
4	5.0	無し	無し	0.05	0.23	◎
5	10.0	無し	微かに有り	0.00	0.44	○
6	12.0	無し	有り	0	0.42	△
(比較例)						
7	0	有り		0.35	0	×

* 判定の記号の説明

×・・・精製品として使用できない。

△・・・精製品として好ましくない。

○・・・精製品として好ましい。

◎・・・精製品として極めて好ましい。

【0030】（考察）アセト酢酸エチル濃度が3.0～10.0%の85%エチルアルコール水溶液を、白子粉に対して7倍重量使用した場合が、好ましい結果を与えている。12.0%以上の濃度では、着香料（アセト酢酸エチル）の臭いが精製品に顕著に残留するので好ましくない。このアセト酢酸エチルのエチルアルコール中の好適濃度は、使用されるアルコール水溶液の白子に対する倍量数、単位重量当たりの着香料の脱臭力、精製前の白子中の魚臭又は悪臭の含有量そして処理条件（温度と時間）により変動するものの、着香料を上述の諸条件に合わせて適量添加することにより、魚臭又は悪臭の完全に除去された精製品が得られることは明瞭である。

【0031】実施例4：ビタミンCと混和後の経時変化
実施例3で得られた試験No.3、4と7のサケ白子の乾燥品精製物を用いて、ビタミンCとの混和後の経時安定性を検討した。実施例3で得られた各乾燥品精製物30重量部にビタミンC粉末を各30重量部とブドウ糖粉末を各40重量部配合し、打錠機を用いて、直径12mmで300mgの円板状錠剤を作製した。次に各錠剤を温度20～25℃、湿度50%に維持した室内で2週間暴露し、錠剤の色調の変化を観察した。観察結果を判定と共に、第4表に記載した。

【0032】

【表4】

第4表：サケ白子の乾燥品精製物とビタミンCとの混和安定性

試験No.	使用した実施例3の乾燥品精製物の試験No.	打錠品の2週間露出後の色調の変化	判定*
1	No.7	打錠直後に比べややピンク色に変化した。	△
2	No.3	打錠直後と殆ど変わらず。	◎
3	No.4	打錠直後と殆ど変わらず。	◎

* 判定の記号の説明

△・・・製品として不安である。

◎・・・製品として心配ない。

（考察）本発明の精製法により処理された乾燥品精製物は、ビタミンCと混合しても色調の変化が殆ど認められなかった。

【0033】

【発明の効果】デオキシリボ核酸又はデオキシリボ核タンパク質を含有する、精巢又は胸腺を水洗、機械処理した後の粗製品、例えばサケ白子粉を、従来の低級アルコール、例えばメチルアルコール又はエチルアルコール、

又はその含水溶媒の処理溶媒で処理して精製する場合の処理溶媒を変えて、着香料を添加したそれら処理溶媒で処理した。その結果、得られた精製物を従来法により得られた精製物と比較すると、魚臭又は悪臭は著しく低下して皆無に等しくなり、品質の劣化速度が著しく低下し、そしてビタミンCとの混合による顕著な着色が低下して着色がなくなった。又、得られた製品には、着香料添加に起因する不快臭が全くなかった。

フロントページの続き

(72)発明者 大沢 直人
東京都中央区日本橋本町4-1-11 小川香料株式会社東京本社内

(72)発明者 香山 国雄
東京都北区赤羽西6丁目32番9号 小川香料株式会社総合研究所内

(72)発明者 松本 克之
東京都北区赤羽西6丁目32番9号 小川香料株式会社総合研究所内

[Title of the Invention] Purification of Nucleic Acid and Nucleoprotein

[Claims]

[Claim 1] A purification method of deoxyribonucleic acid or deoxyribonucleoprotein wherein there are used aromatic scenting agents.

[Claim 2] A purification method according to Claim 1 wherein there are used aromatic scenting agents of one kind or 2 or more kinds of blended materials which can be selected from groups comprised of ester, lactone, aldehyde, ketone and terpene system compounds.

[Claim 3] A purification method according to Claim 1 or Claim 2 wherein there are used aromatic scenting agents of one kind or 2 or more kinds of blended materials which can be selected from groups comprised of acetic ester, butylate, acetoacetic ester, aromatic aldehyde, and terpene system compounds.

[Claim 4] A purification method according to Claim 3 wherein there are used aromatic scenting agents of one kind or 2 or more kinds of blended materials which can be selected from groups comprised isoamyl acetate, γ -undecalactone, an ethyl acetoacetate, ethyl butylate, orange oil, trans-2-hexenal, vanillin, lime oil, and wine wreathe oil.

[Claim 5] A purification method according to Claim 4 wherein there are used aromatic scenting agents of one kind or 2 or more kinds of blended materials which can be selected from groups comprised of ethyl acetoacetate, orange oil, vanillin, and wine wreathe oil.

[Claim 6] A purification method according to any one of the claims from Claim 1 to Claim 5 wherein there are used aromatic scenting agents which are dissolved in methyl alcohol, ethyl alcohol or 50% or more of methyl alcohol, or an ethyl alcohol aqueous solution.

[Claim 7] A purification method according to Claim 6 wherein there are concentrations of aromatic scenting agents within the range of 0.05-2% in methyl alcohol, ethyl alcohol or 50% or more of methyl alcohol, or an ethyl alcohol aqueous solution.

[Claim 8] A composition purified by the purification methods according to any one of the Claims 1-7 wherein there are contained aromatic scenting agents from 0.01-1.0% based on the weight of the purified deoxyribonucleic acid or deoxyribonucleoprotein.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Technical Field to which the Invention Pertains] This invention relates to purification methods for deoxyribonucleic acid (DNA) and/or deoxyribonucleoprotein which are used for food, health food, cosmetics, medical products, and detergents and to compositions which contain these.

[0002]

[Prior Art] The raw materials of deoxyribonucleoprotein which are DNA and its protein adducts are, usually, fish milt or the thymus gland of mammals or the seminal glands (testes). The quality of these raw materials deteriorate as their freshness is reduced, deteriorating with an accompanying unpleasant odor and color change. Thus, in order to obtain purified DNA and/or deoxyribonucleoprotein from these raw materials, usually, after washing raw materials as fish milt or mammalian thymus or testes, and following heat, there are mechanical processes of crushing and filtering, with further washing using lower alcohols, such as methyl alcohol, ethyl alcohol and the like, and purification. From these processes, the blood, blood vessels, and epidermis are eliminated. The result is a purified material, which has small amounts of lipids and fatty acids, whose purification is durable.

[0003]

[Problems to be Solved by the Invention] In the washing with the lower alcohols described above, 10-40 times lower alcohol is used with respect to the obtained purified material, but by this kind of purification using lower alcohols, it is not possible to eliminate completely the fish smell or malodors and there remains a slight fish odor or offensive smell.

When vitamin C is blended with the obtained purified substance, with time, the material acquires a brownish discoloration, and at the same time a different taste and smell will develop (moreover, when the vitamin C is ingested at the same time as DNA, because an increase in uric acid within the blood which was generated by ingestion of DNA only is controlled, a blending agent for the ingestion of vitamin C and DNA is helpful for the ingestion of both vitamin C and DNA). The goal of this invention is an improvement in the purification method by lower alcohols described above, the complete elimination of the fish smell or malodor of the obtained purified substance, with no change in color with the passage of time even when the obtained purified material is mixed with vitamin C.

[0004]

[Means for Solving the Problems] The inventors of this invention, when using raw materials which contained DNA or deoxyribonucleoprotein, for example, using aromatic scenting agents when processing milt, it was discovered that there was obtained raw material with no fish smell or malodor, for example, a purified substance of milt. This purified product had no change in color when blended with vitamin C or with the passage of time.

[0005]

[Embodiments of the Invention] The raw materials which contained nucleic acid (DNA) or deoxyribonucleoprotein which was used in the purification method of this invention were fish, for example, especially, salmon, tare, herring or trout milt (testes), or the thymus or testes of mammals such as cows, pigs, horses or goats, preferable salmon or salmon milt, and more preferably salmon milt. These seminal glands (milt or testes) or

thymus were washed and with crude mechanical processes (for example, separation from crude mechanical crushing and filtration of the skin of the crushed material), there was obtained a pre-processed crude material (hereinafter referred to as crude sperm, etc.). This material was the crude product before processing with any lower alcohol. The crude sperm used is powder-like which may be easily suspended in solvents for purification by normal stirring.

[0006]

The scenting agents that are used in the purification methods of this invention are general scenting agents and preferably those that can add smells to food, and when the agents are used according to the purification methods of this invention, it is said that it is possible to achieve a purification effect which is the goal of this invention.

[0007]

More specifically, using the solvents which are used as processing liquids, for example, those possible to dissolve in low concentrations, for example, 0.1-12% (also, included hereafter, %, unless there is a special context, means wt. %) or less in lower alcohols or lower alcohol aqueous solutions. It is said that it is possible to eliminate the fish smell or malodor in the crude sperm that is purified.

[0008]

The scenting agents that are used in this invention, more specifically, can achieve the previously described functions, and the components within these scenting agents contain compounds of one kind or 2 or more kinds of ester radicals, lactone radicals, ketone radicals, and aldehyde radicals. In addition, these compounds are non-injurious to the human body even in minute amounts within the purified material and also contain compounds which do not retain a malodor or nasty smell which would badly affect the commercial value of the purified product.

[0009]

Even more specifically, the aromatic scenting agent which is used in this invention contains one kind or two or more kinds which are selected from the following scenting agents: esters, for example, fatty acid esters, especially, acetate ester, acetoacetic ester, and butyric ester; lactones, for example, γ -lactone; aldehydes, for example, aliphatic aldehydes and aromatic aldehydes; ketones and terpene series hydrocarbons.

[0010]

To make further explicit the scenting agents which are used in this invention: as acetate esters, isoamyl acetate, isobutyl acetate, benzyl acetate, linalyl acetate, butyl acetate, acetic-acid hexyl, phenylethyl acetate, geranyl acetate, citronellyl acetate, and acetoacetic ester, for example, ethyl acetoacetate; as butyric esters, ethyl butylate, butyl butyrate, butanoic acid isobutyl, isoamyl butyrate, butanoic acid benzyl, butanoic acid phenylethyl, butanoic acid linalyl, and butanoic acid geranyl; as a lactone, γ -hexa lactone, γ -hepta-lactone, γ -octa lactone, γ -nonalactone, γ -deca lactone, γ -undecalactone, γ -dodeca lactone, δ -octa lactone, δ -nonalactone, δ -deca lactone, δ -undecalactone, and δ -dodeca lactone; as an aliphatic aldehyde, hexanal, heptanal, octanal, nonanal, decanal, undecanal, dodecanal, perillaldehyde, geranial, and neral; as an aromatic aldehyde, benzaldehyde, vanillin, and ethyl vanillin; as a ketone compound, acetophenone, 2-heptanone, maltol, menthone, and l-carvone; as a terpene hydrocarbon, d-limonene, an α -pinene, β -pinene, γ -tapinen, myrcene, and kariolefin.

[0011]

The desirable scenting agents which are used in this invention are comprised of blended materials of one kind or 2 or more kinds which are selected from the group comprised of isoamyl acetate, linalyl acetate, γ -undecalactone, ethyl acetoacetate, ethyl butylate, orange oil, trans-2-hexenal, vanillin, lime oil, and wine wreath oil. Even more desirable are scenting agents which are blended materials of one kind or 2 or more kinds which are selected from the group comprised of ethyl acetoacetate, orange oil, vanillin, and wine wreath oil. Still more preferably, ethyl acetoacetate is chosen as a scenting agent. The previously described scenting agents are popular commercial products which are used in food additives.

[0012]

The lime oil which is used in this invention, also termed lime oil, is obtained by the pressed-oil method or the steam evaporation method from the fruit skin or fruit of the 1) Citrus medica L. var. acida Brandis. and 2) Citrus limetta Risso which belong to the lime Citrus aurantifolia Swingle of the rue family. 1) is called acid lime, with its principal production region the West Indies, but is produced also in Mexico and in the state of Florida in the United States. 2) is called sweet lime and is produced in Italy and Brazil. The lime oil that is used in this invention is, for example, 1) from the West Indies: citrals (geranial and neral) 2.2-9%, nonanal, dodecanal, octanal, geraniol, linalool, alpha-terpineol, a borneol, alpha and/or beta-pinene, d-limonene, dipentene, bisabolene, and methyl anthranilate; 2) from Italy: d-limonene, linalyl acetate 26.3%, and l-linalool.

[0013]

Orange oil is also called orange oil and is obtained by the pressed-oil method or the steam method from the fruit or fruit skin of the sweet orange Citrus sinensis Osbeck or the sour Citrus aurantium Linne of the rue family. The orange oil is comprised of, for example, d-limonene (90 - 94%), decanal, citronellal, citral (geranial and neral), linalool, a nonanal, terpineol, and alpha butane.

[0014]

Wine wreath oil is manufactured from grapes and obtained from brandy as a volatile component of brandy by the recovery flavor method. The principal components are ethanol, butanol, isoamyl alcohol, phenyl ethyl alcohol, acetic acid, hexanoic acid, ethyl hexanoate, ethyl octanoate, ethyl decanoate, and dodecanoic acid ethyl.

[0015]

Following the purification method for this invention, the solvent that is used for the purification of the crude sperm, etc. is usually lower alcohol or lower alcohol containing water. For lower alcohols, especially, there has been mentioned ethanol and methanol and blended solvents of these alcohols. In order to improve the penetration ability within structures such as the crude sperm to be processed, it is desirable that the previously described lower alcohol contain moisture, at 50% or lower, preferably at 25-10%, and still more preferably at 20-15%. When the amount of water is 50% or more, it is difficult for the processing liquid during purification processing to penetrate within the organism of the crude sperm and the like and there is only a small reduction in the decreasing rate of general bacteria, which has a significant effect on the quality of the crude sperm. In addition, there is a tendency for the obtained purification material to become massive. When the water content is 5% or less, the penetration ability within the structure of the crude sperm and the like for the processing liquid during purification processing is

reduced, and there is only a small reduction in the decreasing rate of general bacteria, which has a significant effect on the quality of the crude sperm or there is a tendency for the deodorization permeation effect to be reduced. When the scenting agent at the desired concentration in a lower alcohol aqueous solution of concentration 95% or less is not completely dissolved, sometimes it is desirable to use alcohols of concentrations 95% or less.

[0016]

When the content rate for an amount of solvent that is used for purification processing of the crude sperm is higher than the content rate of the crude sperm, in order to maintain a specific alcohol concentration, it is necessary to increase the concentration of the alcohol or to increase the amount used. When the content rate of the crude sperm and the like is at the 5% level, it is advisable to use 85% ethyl alcohol or methanol 2-10 times wt., preferably 5-8 times wt. that of the crude sperm, etc.

[0017]

The amount of scenting agent which is added to the solvent for purification changes according to the multiplier amount with respect to the crude sperm, for example, milt, with the alcohol aqueous solution which is used, the deodorizing strength of the scenting agent per unit weight, the strength of the flavor of the scenting agent, and the content amount of fish smell or malodor within the crude sperm, for example, milt, and the processing conditions (temperature and time). The scenting agent is roughly 0.05-12% of the total amount. For example, when the scenting agent is ethyl acetoacetate, with salmon milt, the crude sperm to be purified is normally commercialized at 5% moisture weight, the solvent used for purification is a 85% ethyl alcohol aqueous solution, the amount used of the solvent is 7 times the weight of the milt. If heat treatment of one hour at a reflux temperature is performed, the concentration within the ethyl alcohol aqueous solution for the scenting agent is in the range of 0.1-10%. This content amount is preferably determined by experimentally conducting an investigation for the most appropriate temperature for the scenting agent used. Moreover, it is permissible that 1 portion of the scenting agent which is used in deodorization purification remain. The presence of this residual improves the stability of the quality of the dried purified material and the amount is such that the aroma of the scenting agent which remains is not perceived, or the remaining amount is such that there is no unpleasantness when used excessively. Normally, the amount used is in a range of 0.01-1.0%.

[0018]

There is deodorization processing by suspending, stirring, and processing in a solvent used for purification which contains crude sperm, etc. and a scenting agent in a specified concentration. The processing time is short with high concentrations. In order to increase the general bacteria count reduction rate within the purified product to be obtained and shorten the processing time, when using wet lower alcohol as the processing solvent, it is preferable to have the reflux temperature for the processing solvent in the range of 95-60 °C. The heat treatment processing time is the time up to the point when there is hardly any extension effect with additional heat treatment, for example, 30 minutes- 2 hours, preferably, 50-70 minutes.

[0019]

Above, there was an explanation of every item of the purification method of this invention, but here is a listing, more specifically, of combinations for every item.

- The crude sperm has its origin with salmon or trout milt, the scenting agent is ethyl acetoacetate, orange oil, vanillin, or wine wreath oil, and the solvent which is used for purification is 75-100% ethyl alcohol or methyl alcohol.
- The crude sperm has its origin in salmon milt, the scenting agent is ethyl acetoacetate, and the solvent which is used for purification is 75-100% ethyl alcohol or methyl alcohol.
- The crude sperm comes from salmon milt, the scenting agent is ethyl acetoacetate, the solvent used for purification is 75-90% ethyl alcohol or methyl alcohol, and the concentration of the scenting agent within the solvent which is used for purification is 3.0-10.0%.
- The crude sperm comes from salmon milt or cod milt, the scenting agent is ethyl acetoacetate, the solvent used for purification is 75-90% ethyl alcohol or methyl alcohol aqueous solutions, the amount of the solvent which is used for processing is 5-8 times that of the crude sperm, the concentration of the scenting agent within the solvent used for purification is 3.0-1.0 %, the heat treatment temperature is the reflux temperature for the processing liquid, and its processing time is 30-90 minutes.
- The crude sperm comes from herring milt or trout milt, the scenting agent is vanillin, the solvent that is used for purification is 75-90% ethyl alcohol or methyl alcohol, the concentration of the scenting agent within the solvent used for purification is 2.0-12%, the heat treatment temperature is the reflux temperature for the processing liquid, and the processing time is 30-100 minutes.

[0020]

After purification processing for the crude sperm is completed using solvents which contain the above described scenting agents, there is centrifugal separation or filtering, and further washing as desired, and finally evaporating the solvent through drying processing. The drying processing uses a drying process which is normally used in the technical field. That is, spray drying, reduced pressure drying, blow drying, or combinations of 2 or more of these processes. Drying occurs at temperatures anywhere from room temperature to 90 °C or less, preferably within the range of 15-70 °C.

[0021]

[Examples] There is a further detailed explanation of the invention by the following embodiments. These embodiments are not intended to restrict the scope of this invention. Within the description of the embodiments and this specification, unless specifically mentioned, % means wt. %.

Example 1

The milt powder which is the crude sperm is normally obtained by washing and mechanical crushing, and if necessary, further washing, filtering, with an end process of drying. For example, after defrosting 1,000g of refrigerated salmon milt, washing with water and drying, there is added water 400g, and using a stirrer with stainless steel blades, the material is heat treated for 1 hour at 80 °C, and afterwards, the suspended liquid of the product is filtered using 10 mesh metal net. There is obtained 192g of milt powder of 5% content rate by drying the obtained suspended liquid using a small-scale manufactured spray dryer, and then pulverizing the result. This milt powder has a fish

smell (amine odor). Next, there is added 35g of 95% ethyl alcohol aqueous solution which has dissolved 1% of each of the scenting agents in Table 1 or an agent is used for reference, with respect to 5g of this milt. After stirring for 1 hour at 75 °C and after cooling to room temperature, separate the solid parts, dry under reduced pressure (entrance temperature 60-80 °C), and investigate the smell for remaining fish odor in the dried purified material. The results are shown in Table 1.

[0022]

Table 1

Experiment No.	Used reference agent and scenting agent	Fish smell which remains with the dried purified material	Improvement effects
	(Example)		
1	Isoamyl acetate	slight smell	O
2	γ -undecalactone	slight smell	O
3	Ethyl acetoacetate	hardly any smell	O
4	Butyric acid	slight smell	O
5	Orange oil ^{3*}	absolutely no smell	⊙
6	Trans-2-hexenal	slight smell	O
7	Vanillin	absolutely nothing	⊙*
8	Lime oil ^{4*}	slight smell	O
9	Wine wreath oil ^{5*} (reference example)	absolutely nothing	⊙
10	None	strong smell	×
11	Ascorbic acid	medium-strong smell	×
12	Acetic acid	medium smell	Δ

[0023]

(Table 1 Notes)

* The hue of the dried product is colored compared to before processing.

** Explanation of the symbols for improvement effects:

×- No improvement

Δ- Slight improvement

O- Remarkable improvement effect

⊙- Extremely remarkable improvement effect

3* Orange oil is obtained by a water evaporation method from the fruit skin of a sweet orange of the rue family. Its principal components are d-limonene (about 90%), linalool, octanal, and decanal, citronellal and citral (geranial and neral).

4* Lime oil is acquired from the pericarp of the lime of Rutaceae by the steam distillation method. Its principal components are gamma-terpinene, d-limonene, terpineol, and citral (geranial and neral).

5* wine wreath oil is ethanol, butanol, isoamyl alcohol, phenyl ethyl alcohol, acetic acid, hexanoic acid, ethyl hexanoate, ethyl octanoate, ethyl decanoate, and dodecanoic acid ethyl.

[0024]

(Considerations) From observing the effects shown in Table 1, when adding scenting agents, remarkable improvement effects are seen for deodorization, and when the scenting agent is ethyl acetoacetate, orange oil, vanillin, or wine wreath oil, the improvement effect is extremely remarkable. In addition, no nasty smell corresponding to bad smell is apparent with the purified materials.

[0025]

Example 2

Using the milt powder before purification that was obtained in Example 1, there was an investigation of the effect of the concentration of the ethyl alcohol aqueous solution and a lowering of the bacteria count within the milt. To a vessel which had attached a magnetic stirrer, 35g of 60-95% ethyl alcohol aqueous solution was added to 5g of milt powder, and under normal pressure, there was one hour of stirring at a normal temperature (room temperature: approximately 10-20 °C), 60 °C and the reflux temperature (80-95 °C) of the processing liquid, and after cooling to room temperature, and filtering of the solid pieces, there was drying under reduced pressure (entrance temperature 60-80 °C). There was an investigation of the bacteria count and the properties of the purified materials. Table 2 shows the experimental results. Moreover, the general bacteria count within the milt powder before processing by ethyl alcohol was 412×10 units/g.

[0026]

[Table 2]

Table 2: General bacteria count within milts after processing by ethyl alcohol
(General bacteria count: unit/g)

Concentration (%)	60	70	80	85	95
(processing temperature) normal temperature		$123 \times 10^*$		70×10	320×10
60 °C			20×10	55×10	
reflux temperature	$71 \times 10^*$	$1 \times 10^*$	0×10	0×10	200×10

* Dried purified material became massive.

[0027]

(Considerations) From the above-described results, a concentration of 80-85% of ethyl alcohol within an ethyl alcohol aqueous solution is desirable to reduce the bacteria count of the milt, and especially at the reflux temperature of the processing liquid, the effect is remarkable; at less than 70%, the purified material becomes massive, and the anti-bacterial effect is poor, and with the concentration at 95%, it is clear that the effect for lowering the bacteria count is reduced. It goes without saying that bacteria count reduction by alcohol with milt changes is according to the type of the scenting agent

which is used with the milt to be processed, and it was determined that desirable alcohol concentrations are in the range of 75-90%.

[0028]

Example 3

Using the milt powder before purification in Example 1, investigate the effect given to the quality of the milt purified material for an amount which used ethyl acetoacetate. The alcohol aqueous solution that was used was 85% ethyl alcohol aqueous solution which was appropriate for general bacteria count reduction (reference Example 2). Following the method contained in Example 1, there was ethyl acetoacetate (corresponding to scenting agents) in concentrations given in Table 3 with obtained milt powder 5g before processing, and adding 85% ethyl alcohol aqueous solution 35g, the combination was refluxed for 1 hour by stirring and heating. Next, it was cooled to room temperature, separated by filtering the solid parts, dried under reduced pressure (entrance temperature 60-80 °C) to obtain purified material. There were investigations of the residual fish smell of the obtained dried purified material, and analyze the residual amounts of the fish oil lipids which are the cause of the fish odor or bad smell and coloration [The analysis was done as follows: (1) Measure the total weight W_1 of the lipid contents within the dried purified material by the Soxhlet extraction method (reference the food-sanitation-hygiene inspection guide). (2) Determine the weight W_2 of the ethyl acetoacetate within the dried purified material using a steam distillation method (a method which quantifies, using gas chromatography analysis, the distilled water, having adopted a 10g trial and heating together 50ml of water). (3) $W_1 - W_2$ is the fish oil lipid weight.] Table 3 contains the experimental results and determinations.

[0029]

[Table 3]

Table 3: Purification effects by ethyl acetoacetate for salmon milt

Experiment No.	Concentration (%) of ethyl acetoacetate	Within dried purified material		Lipid content within dried purified material (%)		Determination
		Level of residual fish smell	Level of remaining odor of ethyl acetoacetate	Fish oil lipid	Ethyl acetoacetate	
(This invention's method)						
1	0.05	slight	none	0.25	0	×
2	0.10	extremely light	none	not measured	not measured	Δ
3	3.0	none	none	0.05	0.25	⊙
4	5.0	none	none	0.05	0.23	⊙
5	10.0	none	slight	0.00	0.44	○
6	12.0	none	yes	0	0.42	Δ
Comparative Example						
7	0	yes		0.35	0	×

* Explanation of determination symbols

- ×- Not possible to use as purified products
- Δ- Not preferable as purified product
- Preferable as purified product
- ⊙- Extremely preferable as purified product

[0030]

(Considerations) When the acetoacetate uses 7 times the weight with respect to the milt powder of 3.0-10.0% 85% ethyl alcohol aqueous solution, a desirable effect is produced. With the concentration at 12.0% or above, the smell of the scenting agent (acetoacetate) is not desirable because of substantial residuals in the purified product. Although the appropriate concentration within the ethyl alcohol of this acetoacetate changes according to the multiplier amount with respect to the milt of the alcohol aqueous solution that is used, the deodorizing strength of the scenting agent per unit weight, the content weight of the fish smell or nasty smell within the milt before purification, and the processing conditions (temperature and time), by combining scenting agents for the various previously listed conditions and adding appropriate amounts, it is clear that purified product can be obtained which has completely eliminated the fish smell or nasty smell.

[0031]

Example 4; Using the dried purified material of salmon milt from Experiments 3, 4, and 7 which were obtained, using a time-changed Example 3, after blending with vitamin C, the time stability, after blending with vitamin C was investigated. Arrange each 30 wt. parts of vitamin C powder and each 40 wt. parts sugar powder in each 30 wt. parts of dried purified material which was obtained in Example 3, and using a tablet making machine, prepare a circular tablet of 300mg with a diameter of 12mm. Next, expose each tablet for 2 weeks in a room whose temperature is 20-25 °C and whose humidity is 50%, observing the change in coloration of the tablets. The observation results and determinations are shown together in Table 4.

[0032]

Table 4: Blending stability of dried purified material from salmon milt and vitamin C

Experiment No.	Experiment No. of used dried purified material from Example 3	Change in tablet coloration after 2 weeks exposure	Determination
1	No. 7	Change to slight pink compared to directly after tablet formation	Δ
2	No. 3	Hardly any change compared to directly after tablet formation	⊙
3	No. 4	Hardly any change compared to directly after tablet formation	⊙

* Explanation of determination symbol

Δ- unstable product

⊙- no worries about product

(Considerations) The dried purified material which was processed by the purification methods of this invention hardly changed its color when blended with vitamin C.

[0033]

[Effect of the Invention] The effect of the invention provides nucleic acid or deoxyribonucleoprotein, washing of the testes or thymus, and by processing for purification with processing solvents the crude product after mechanical processing, for example, salmon milt, using conventional lower alcohols, for example, methyl alcohol or ethyl alcohol or their wet solvents, the processing solvents are changed. Finally there is processing using these processing solvents, having added scenting agents. The results indicate, compared to purified materials obtained through conventional methods, a remarkable reduction in fish smell or nasty smell, with the smell becoming nil, the deterioration rate of the quality of the product was remarkably reduced and remarkable coloration reduced by blending with vitamin C, so that there was no coloration. In addition, the obtained product has no unpleasant smell from scenting agent addition.